

⑫ 公開特許公報(A)

平4-59631

⑤ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成4年(1992)2月26日

C 03 B 37/027
// G 02 B 6/00Z
3 5 6 A8821-4G
7036-2K

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全7頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバの線引方法

⑮ 特 願 平2-166763

⑯ 出 願 平2(1990)6月27日

⑰ 発 明 者 大 賀 裕 一 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内⑰ 発 明 者 石 川 真 二 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内⑰ 発 明 者 金 森 弘 雄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内⑰ 発 明 者 吉 村 一 朗 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑰ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

⑰ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外2名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバの線引方法

2. 特許請求の範囲

(1) プリフォームを熔融紡糸して光ファイバとする線引方法において、熔融紡糸炉の直下に内側に炉心管を有し該炉心管内を光ファイバが通過できるようにした加熱炉を設置して光ファイバを加熱しつつ線引し、且つ該炉心管内の雰囲気能不活性ガス雰囲気、酸素ガスを含む雰囲気または水素ガスを含む雰囲気のいずれかの雰囲気とすることを特徴とする光ファイバの線引方法。

(2) 該加熱炉の温度が500℃～1500℃であることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

(3) 該加熱炉に入る直前のファイバ温度が500℃～1500℃であることを特徴とする請求項(2)記載の光ファイバの線引方法。

(4) 該加熱炉をファイバが通過する時間が0.1

秒～10秒であることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

(5) 該熔融紡糸炉の直下に設置する加熱炉は少なくとも1つ以上であり、該加熱炉を複数個設置する場合にはそれぞれを独立に温度制御可能とすることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

(6) 該炉心管の材質が石英、高純度カーボン、熱分解黒鉛被覆高純度カーボンまたはSiC被覆高純度カーボンであることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は光ファイバの線引方法に関し、詳しくはガラス中の原子、分子レベルの欠陥生成を抑え、かつ熱的ゆらぎを小さくして低損失で信頼性の高い光ファイバを得るための光ファイバの線引方法に関する。

〔従来の技術〕

従来、光ファイバ用ガラス母材(プリフォーム)

B1.

を光ファイバに溶融紡糸する線引方法としては、プリフォームを溶融紡糸炉（線引炉）で軟化温度以上の温度に加熱し、光ファイバをプリフォームから紡糸し、自然空冷した後、ダイスで樹脂組成物等の被覆材をかけるという手段が採用されていた。

具体的には、従来の線引装置の主要部の概念図である第7図に示すように、光ファイバ用母材101が送り込まれる炉心管102は、これを囲むカーボンヒータ103と共に炉体104に保持されている。この炉体104の上端部には、炉心管102やカーボンヒータ103等の酸化消耗を防止するため、窒素等の不活性ガスを溶融紡糸炉（線引炉）105内に供給するためのパージガス管108が接続し、これに伴って炉体104の上端には光ファイバ母材101の外周面に接触するシールリング107が取り付けられると共に炉体104の下端部にはシャッタ108が設けられ、線引炉105内を不活性ガスの雰囲気保持している。この線引炉105内で線引された光ファイバ

109は、コーティングダイス111に通し、例えば紫外線硬化樹脂の一次被覆が施される。光ファイバ109と共にコーティングダイス111を通過した紫外線硬化樹脂は、紫外線硬化装置113内で紫外線を照射されて硬化し、光ファイバ109と一体化する。この紫外線硬化装置113の下端には、紫外線硬化樹脂の硬化の妨げとなる酸素の存在を除去するため、窒素ガス等のパージガスの導入管114が接続しており、これに伴って紫外線硬化装置113の上端にはパージガスの流出を少なくするシャッタ115が設けられている。更に、この紫外線硬化装置113の下端には二次被覆用のコーティングダイス116とこれによる硬化装置117とが順に配設され、一次被覆が施された光ファイバ118は二次被覆された光ファイバ素線119となって方向変換ローラ120を介し図示しない巻取装置に巻き取られて行くようになっている。

（発明が解決しようとする課題）

従来法では、光ファイバが線引炉から直接室温

に引き出されていたために、急冷によって欠陥が凍結されて残留する。また、高温の炉（～2000℃）にガラスを保持するので、ガラス中の熱的ゆらぎが大きくなるという問題がある。これらの問題の解決は、光ファイバの伝送損失を下げる上で、また長期的な損失増加を防ぎ信頼性の高いファイバを得る上で、極めて重大な課題であった。

本発明は上記課題を解決して、低損失で信頼性の高い光ファイバを製造できる光ファイバの線引方法を提供しようとするものである。

（課題を解決するための手段）

本発明はプリフォームを溶融紡糸して光ファイバとする線引方法において、溶融紡糸炉の直下に内側に炉心管を有し該炉心管内を光ファイバが通過できるようにした加熱炉を設置して光ファイバを加熱しつつ線引し、且つ該炉心管内の雰囲気の不活性ガス雰囲気、酸素ガスを含む雰囲気または水素ガスを含む雰囲気のいずれかの雰囲気とすることを特徴とする光ファイバの線引方法により上記課題を解決するものである。

本発明においては、該加熱炉の温度が500℃～1500℃であること、該加熱炉に入る直前のファイバ温度が500℃～1500℃であること、該加熱炉をファイバが通過する時間が0.1秒～10秒であることが、何れも特に好ましい実施態様として挙げられる。

また、本発明において該溶融紡糸炉の直下に設置する加熱炉は少なくとも1つ以上であり、該加熱炉を複数個設置する場合にはそれぞれを独立に温度制御可能とすることがより効果が高く特に好ましい。

本発明の該炉心管の材質としては、石英、高純度カーボン、熱分解黒鉛被覆高純度カーボンまたはSiC被覆高純度カーボンであることが特に好ましい。

（作用）

ガラス中の固有散乱は、下記(1)式で表現することができる（ガラスハンドブック、朝倉書店）。

$$\epsilon = 8\pi^2/3 \lambda^4 (n^2 - 1) \kappa T B + 16\pi^2 n/3 \lambda^4 (\partial n / \partial c)^2 \Delta c^2 \delta V \quad \dots (1)$$

(1)式中、 n ：屈折率、 κ ：ボルツマン定数、
 β ：圧縮率、 T ：徐冷温度付近に凍結された
 仮想温度、 Δc^2 ：濃度のゆらぎの二乗平均値、
 δV ：ゆらぎ部分の体積である。

即ち、(1)式第一項はガラスが液状から凍結する
 際の温度ゆらぎが過冷却状態で保存されるために
 生ずる密度ゆらぎに起因するものであり、第二項は
 組成変動に基づく濃度ゆらぎによるものである。

本発明は、溶融紡糸炉（線引炉）直下でファイ
 バを再加熱することにより、ファイバを高温状態
 から急冷させることを避け、(1)式第一項の仮想温
 度を低くし、ファイバ中の固有散乱 κ を低減させ
 るのに有効に働く。

光ファイバ中の欠陥濃度をESRで測定したと
 ころ、従来法で線引したファイバにはE'センタ
 ($\equiv \text{Si} \cdot$)が、 $1.09 \times 10^{14} \text{ spins/g}$ 存在して
 いたが、本発明に従い線引炉直下に加熱炉を設
 置し、ファイバを再加熱しつつ線引したファイバの
 E'センタ濃度は $0.76 \times 10^{14} \text{ spins/g}$ と減少
 していた。即ち、加熱処理によってE'センタが

～(5)式等の反応式が推定される。



等々

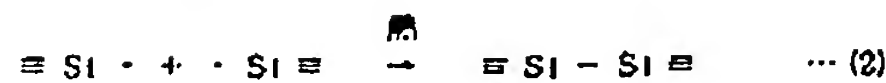
なお、 H_2 は O_2 にくらべ拡散係数が大きいので、
 それだけ母材中心部まで拡散しやすく、純シリカ
 コア部に存在する欠陥($\equiv \text{Si} \cdot$)を埋めると推定
 される。

本発明における加熱温度としては、500℃以
 上、1500℃以下が望ましい。即ち500℃未
 満では熱処理の十分な効果が期待できず、また、
 1500℃を超えては熱によりファイバが変形し
 てしまい線引不能となるからである。

以上の理由により、加熱炉に入る直前のファイ
 バ温度も、上記範囲(500℃～1500℃)が
 望ましいと言える。

ファイバを加熱する時間(ファイバが加熱炉を
 通過する時間)は0.1秒以下では熱処理の充分な
 効果が得られず不適当であり、10秒以上かけて

再結合したと推定される(2)式)。



以上のことから、ファイバの再加熱は欠陥抑制
 に対しても有効に働くことが証明された。

E'センタ以外に、 $\equiv \text{Si} - \text{O} \cdot$ 、 $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{O} \cdot$
 等の非黒橋酸素ラジカルもファイバ再加熱により、
 $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv$ 、 $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{O} - \text{Si} \equiv$ に再結合さ
 れると推定でき、より安定な構造のファイバが製
 造可能となる。

本発明では加熱炉内に炉心管を設けることによ
 り、ファイバを加熱する雰囲気を任意に調整する
 ことが可能となる。

加熱処理する雰囲気として、 He 、 N_2 、 Ar 等の不活性ガ
 ス雰囲気とする場合は、線速が遅いほど加熱炉内
 滞在時間が長くなり、それだけ欠陥量が減ってく
 ると考えられる。

また、欠陥抑制に関しては、加熱処理雰囲気を
 水素を含む雰囲気あるいは酸素を含む雰囲気とし
 て処理することも有効に作用する。即ち、下記(3)

徐冷することは、線引装置の設計上実用的でない。

加熱炉は少なくとも1つ以上設ける。複数個設
 ける場合はそれぞれ独立して温度制御できる構成
 としておくことにより、段階的に徐冷できる効果
 を大きくできる。

本発明に用いる炉心管としては、石英、高純度
 カーボン、熱分解黒鉛被覆高純度カーボン、SiC
 被覆高純度カーボン等が好ましいものとして挙げ
 られる。

〔実施例〕

以下、本発明を実施例により説明するが、本発
 明はこれに限定されるものではない。

実施例1

第1図は本発明の装置の概略を示す図であり、
 第7図と共通する符号は同様の部分を意味する。
 本実施例では、加熱炉1の長さは60cmとして、
 溶融紡糸炉（線引炉）105の直下に設置し、加
 熱炉1とダイスの間隔は50cmとした。また、加
 熱炉1内には、ガス供給口とガス排出口を有し、
 所望の雰囲気に保てる構造の石英炉心管2を配し

である。また、加熱炉1にはSiCシリコニット炉を使用した。

コアが純石英、クラッドがフッ素添加石英からなるシングルモードファイバ用ガラス母材101を線引炉103で母材の軟化温度以上に加熱し、光ファイバ10に線引する。加熱炉直前のファイバ温度は1100℃であった。このとき、加熱炉1は1200℃に設定した。また、炉心管には外径40mmφの石英管を用い、炉心管内はHeを3ℓ/minで供給した。線速は30m/分に設定し、光ファイバを加熱炉内に通過させた。加熱炉内に1.2秒保持されたことになる。第2図に本実施例の線引炉から加熱炉を経て紫外線硬化装置にいたる温度分布を実線で示した。なお、図中の破線は、加熱しない以外は実施例1と同条件で行った従来法の場合の温度分布を示す。

以上で得られた本発明ファイバ及び従来法によるファイバについて損失を測定し、固有散乱を求めた。また、光ファイバ中の欠陥であるE'センタ(Si・)濃度をESRで分析した。

ファイバを同様にESR分析したところ、E'センタ濃度は検出限界以下であった。即ち、ガラス中にH₂分子が拡散し、 $\text{Si} \cdot + \frac{1}{2} \text{H}_2 \rightarrow \text{SiH}$ という反応が生じた結果と考えられる。本実施例のファイバと従来ファイバについて、耐γ線特性を調査した。線量率は10⁴ R/hourで1時間照射した。第6図に結果を本実施例を実線で、従来法を破線で示す。本発明の方法によってγ線による損失増加量が抑えられることを確認した。

実施例3

実施例1と同様の構成において、加熱炉の雰囲気は0.100%とした。本実施例によるファイバを同様にESR分析したところ、E'センタ濃度は検出限界であった。即ち、ガラス中に酸素分子が拡散し、 $2 \equiv \text{Si} \cdot + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \equiv \text{Si}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ という反応が生じた結果と考えられる。

実施例4

第3図に示すように、加熱炉が、独立して温度制御可能なヒータ1a、1b及び1cを有してなる構成で本発明により光ファイバを作成した。ヒ

第4図に損失波長特性の1/λ'プロットを実線で示す(傾きがレーリ散乱である)。同図中に破線で示した従来法ファイバの散乱係数が0.95 dB/km・μm²であるのに対し、本発明によるファイバでは0.88 dB/km・μm²まで低減されていることがわかる。

第5図は光ファイバ中のE'センタ濃度を線引速度をパラメータとしてプロットしたもので、本実施例を実線で、従来法によるものを一点鎖線で示してある。本実施例の30m/分だけでなく、高速線引においても、線引炉直下に加熱炉を設置してフェニルを線引した方が、E'センタ欠陥生成量が低く抑えられていた。

また、残留応力を測定したところ、本実施例ファイバでは2 kgf/mm²となったが、従来法によるものでは5 kgf/mm²であった。加熱処理により残留応力が減少していることがわかる。

実施例2

実施例1と同様の構成において、加熱炉の雰囲気はH₂100%雰囲気とした。本実施例によるフ

ータ温度は、ヒータ1a:1500℃、ヒータ1b:1200℃、ヒータ1c:900℃とし、炉心管2内の雰囲気はHe雰囲気各600mmℓとし、その他の条件は実施例1と同様である。

得られたファイバについて同様に測定したところ、E'センタ濃度は 2.14×10^{14} spins/gまで減少した(線速30m/分)。本実施例では独立して温度制御することにより、室温に冷却するまでの時間を長くできることから、より除冷効果を高めることができたと考えられる。また、レーリ散乱係数は0.85 dB/kmであった。以上の実施例において本発明の加熱炉はSiCシリコニット炉について説明したが、所望の温度に加熱できる炉であれば、カーボン発熱電気抵抗炉、カンタルスーパーヒーター炉(石英製炉心管)その他、その形態を問わないことは言うまでもない。

また、炉心管についても、カーボン、石英、熱分解黒鉛被覆カーボン、SiC被覆カーボン等の種々の材質から適宜、好ましい材質を選択すればよい。

また、本実施例においては、純石英コア/フッ素添加石英クラッドからなるシングルモードファイバを例にとって示したが、コア及び/又はクラッドのガラス中に他の添加物例えばGe、P、F、As等を含む光ファイバの線引でも同様の効果は得られる。

(発明の効果)

以上説明したように、本発明の光ファイバの線引方法によれば、加熱軟化して線引されたファイバが線引温度から急冷されることがなく、加熱炉を通過して徐冷されるために、軟化時に生ずるガラス中の熱的ゆらぎ及びガラス中の欠陥が凍結されることがなく、伝送特性、耐環境特性の安定した光ファイバを得ることができる。

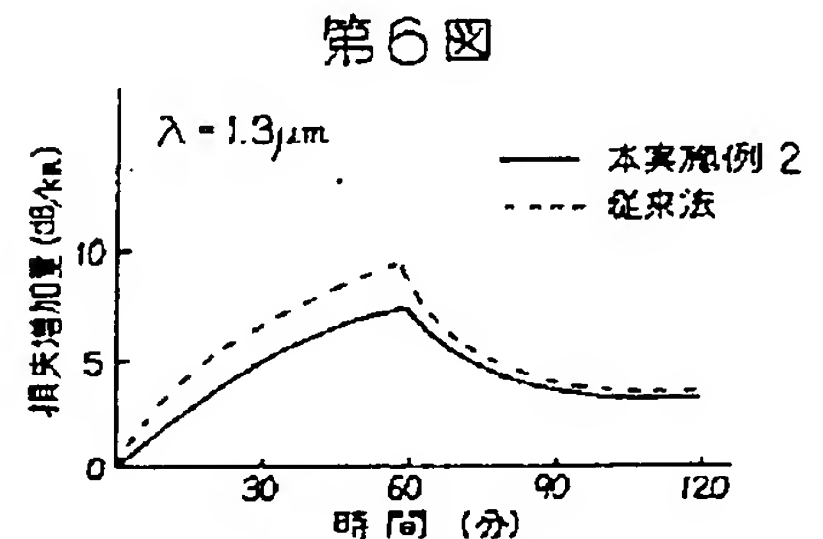
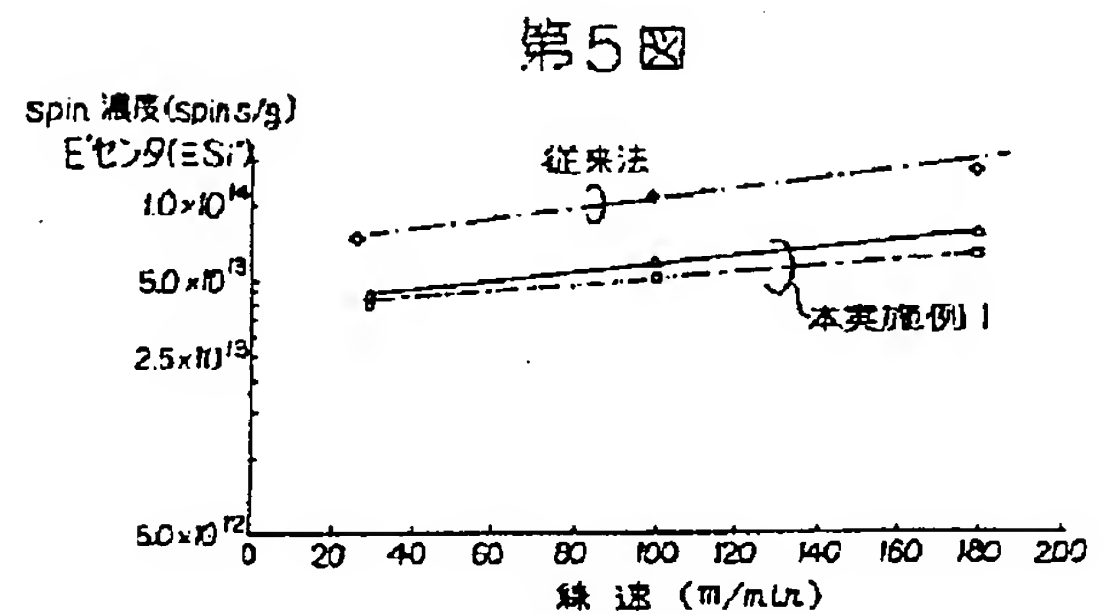
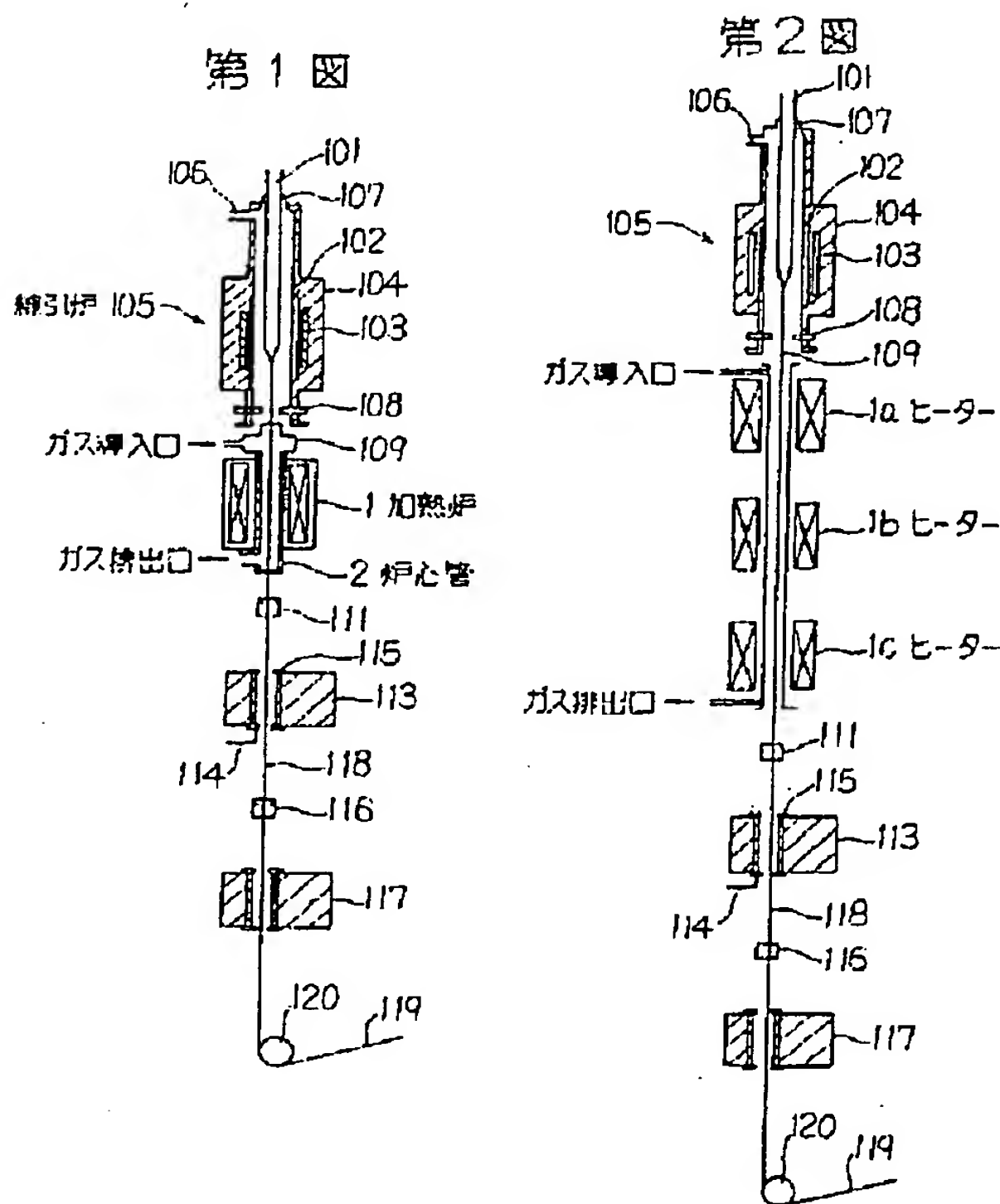
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施態様を示す概略図、第2図は本発明の他の実施態様で複数個の加熱炉を有する場合を示す概略図、第3図は本発明と従来法の温度分布を比較した図、第4図は損失特性を λ に対してプロットして本発明と従来法とを比較

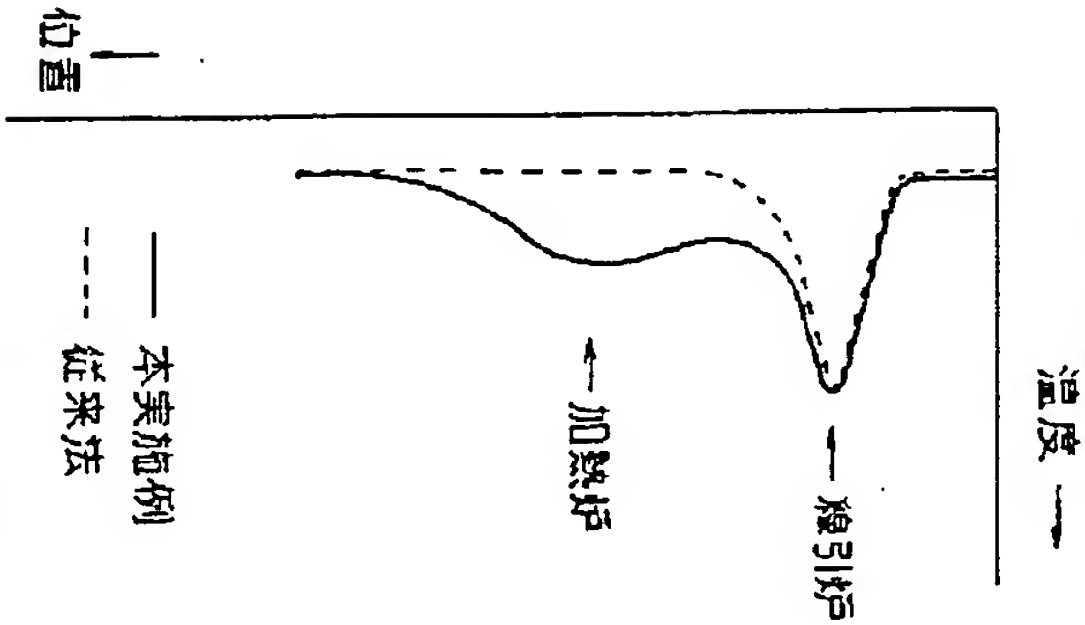
した図、第5図は光ファイバ中のE'セクタ濃度に関して、本発明と従来法とを比較した図、第6図は実施例2による本発明ファイバの耐γ線特性について、従来法によるファイバと比較した図、第7図は従来法の説明図である。

図中、1、1a、1b、1c：炉心管を有する加熱炉、2：炉心管、101：光ファイバ母材、102：炉心管、103：カーボンヒータ、104：炉体、105：線引炉、106：パーシガス管、107：シールリング、108：シヤック、109：光ファイバ、110：光ファイバ、111：ダイス、112：硬化装置、113：パーシガス導入管、114：シヤック、115：ダイス、116：硬化装置、117：一次被覆光ファイバ、118：二次被覆ファイバ、119：方向変換ロールを示す。

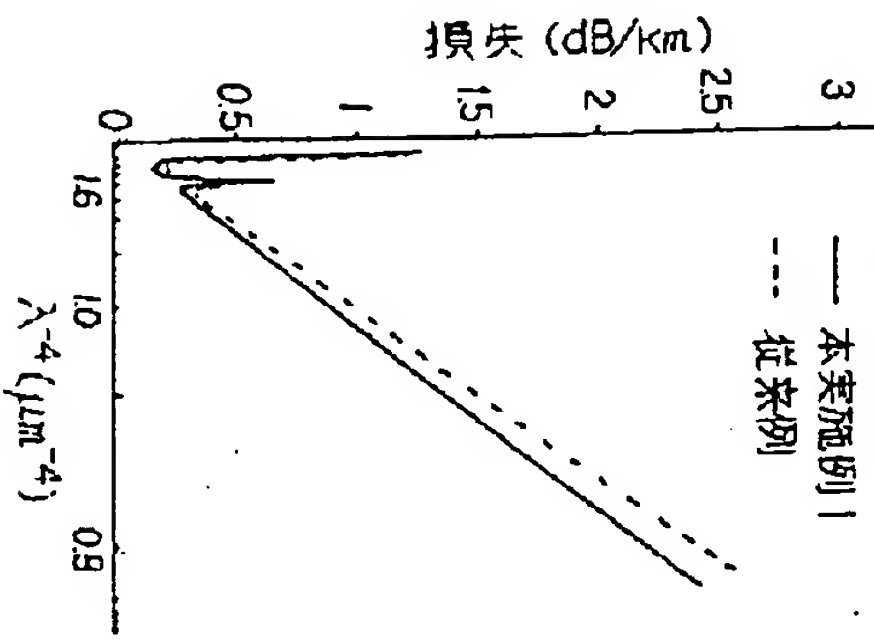
代理人 内 田 明
代理人 萩 原 亮 一
代理人 安 西 篤 夫



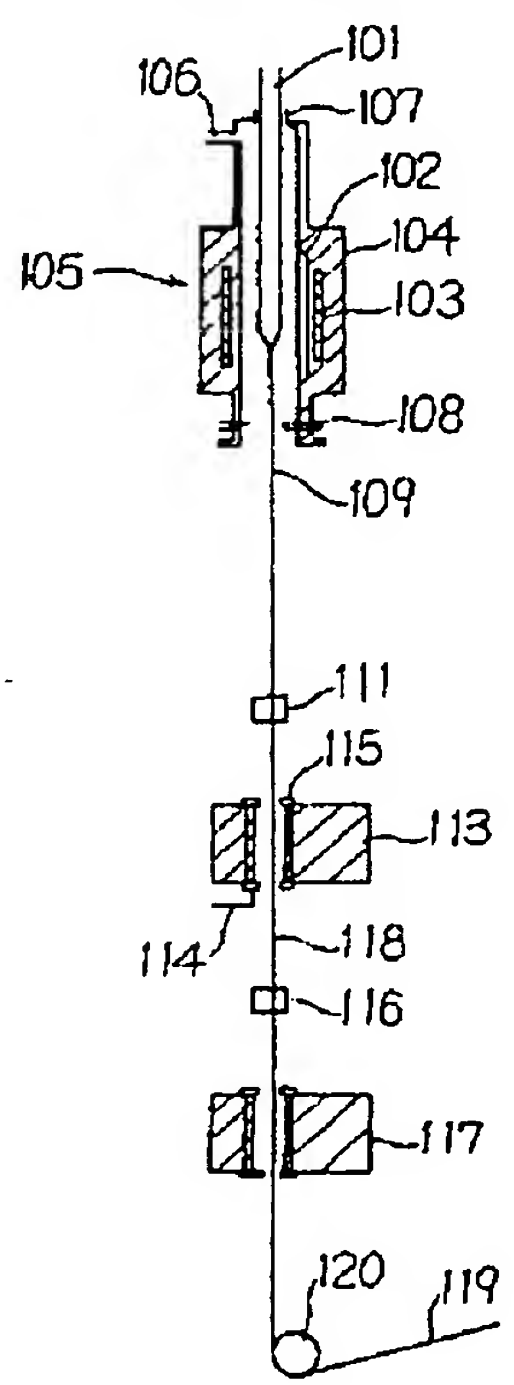
第3図



第4図



第7図



第1頁の続き

⑦発 明 者 横 田

弘 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内